

Sonderabdruck aus Band XXXIV, Heft 3, 1949, der

MIKROCHEMIE vereinigt mit MIKROCHIMICA ACTA

Schriftleitung:

A. A. Benedetti-Pichler, New York, F. Schneider, New York, und M. K. Zacherl, Wien
Springer-Verlag in Wien

Alle Rechte vorbehalten

Aus dem Medizinisch-chemischen Institut der Universität Graz.

Ein handlicher Wasserstoffentwicklungsapparat.

Von

W. Schöniger.

Mit 1 Abbildung.

(Eingelangt am 27. April 1949.)

Für die mikroanalytische Bestimmung des Schwefels nach *Zimmermann* wird als inertes Gas Wasserstoff benötigt, welcher einen Druck von ungefähr 50 cm Wassersäule haben muß.

Als Wasserstoffquelle wird man bei Einzelbestimmungen, bei denen die Verwendung einer Stahlflasche nicht rentabel ist, wohl immer einen Wasserstoffentwicklungsapparat verwenden, der einen entsprechend reinen Wasserstoff liefert. An Stelle eines *Kippschen* Apparates kann man mit Erfolg den im folgenden beschriebenen Entwickler benutzen.

Das Prinzip dieser Wasserstoffentwicklung wurde zwar schon im Jahre 1924 von *V. Bayerle* und *M. Tamele*¹ in einer wenig bekannten Zeitschrift veröffentlicht, fand aber bisher selten praktische Anwendung. Uns ist nur bekannt, daß *J. Heyrovsky*² auf diese Weise den Wasserstoff für polarometrische Messungen darstellt. Da der Apparat sehr handlich ist, die Gasentnahme unter verschiedenem Druck gestattet und der gewonnene Wasserstoff ziemlich rein ist, möchten wir auf ihn in dieser Zeitschrift insbesondere für seine Verwendung im mikrochemischen Laboratorium besonders aufmerksam machen. Das Prinzip beruht auf der elektrolytischen Zersetzung von verdünnter Salzsäure, wobei die nötige Zersetzungsspannung durch die Potentialdifferenz zwischen Zinkamalgam und Platin geliefert wird.

Der von uns modifizierte Entwickler besteht aus einem Erlenmeyer-Kolben von 1500 bis 2000 ccm Inhalt mit eingeschliffener Kappe. An diese ist einerseits ein Gasableitungsrohr angeschmolzen, andererseits ein

bis zum Boden des Kolbens reichendes, vertikales, unten geschlossenes Glasrohr eingefügt, in das unten ein Platindraht zur Herstellung einer leitenden Verbindung eingeschmolzen ist. Dieses Kontaktrohr hat ungefähr in der Mitte einen seitlichen, nach oben gewinkelten offenen Ansatz und ist fast bis zur Höhe des seitlichen Schenkels mit Quecksilber gefüllt. In diesen reicht 30 bis 40 mm tief ein Platindraht, an welchem ein platiniertes Platinblech angenietet ist. (Es lassen sich zu diesem Zweck alte Makroelektroden — auch Netzelektroden —, welche elektrolytisch platinieren werden, verwenden.) Der Boden des Kolbens ist 20 mm

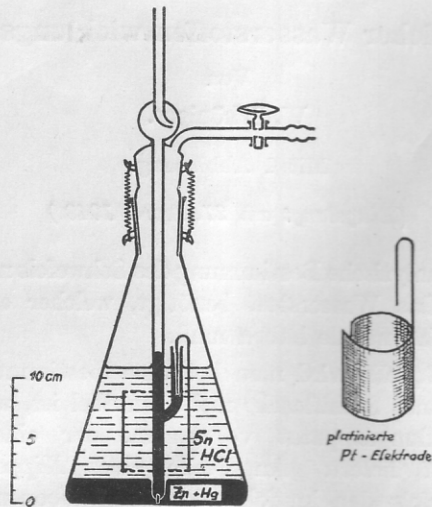


Abb. 1.

hoch mit Zinkamalgam bedeckt. Der so vorbereitete Apparat wird mit 5 n Salzsäure bis zur Hälfte gefüllt. Da die Apparatur unter Druck steht, wird der Schliff mit Federn gehalten.

Ist der Hahn des Ableitungsrohres verschlossen, so drückt der Wasserstoff das Quecksilber aus dem offenen Rohr zurück, bis der Kontakt unterbrochen wird. Die Wasserstoffentwicklung hört dann sofort auf. Bei darauffolgender Entnahme von Wasserstoff wird der Kontakt wieder hergestellt, die Gasentwicklung beginnt sofort in der ursprünglichen Stärke. Der auf diese Weise erhaltene Wasserstoff entspricht dem Reinheitsgrad eines durch Elektrolyse gewonnenen Wasserstoffs und muß zur Verwendung nur getrocknet werden.

Bei Verwendung eines 1500 ccm fassenden Entwicklungskolbens, welcher mit 800 ccm 5 n Salzsäure beschickt war, wurden bei einer

Elektrodenoberfläche von 80 cm² folgende Gasmengen im ununterbrochenen Betrieb entnommen:

Laufzeit: (Stunden)	ccm H ₂ pro Minute
0	45
2	41
4	36
6	28
8	24
10	22
12	21
14	20

Läßt die Gasentwicklung merklich nach, so wird die verbrauchte Salzsäure abgehebert und der Apparat mit frischer 5 n Salzsäure beschickt.

Es wurde ferner versucht, an Stelle der Ganzplatinelektrode platinierter Kohle als Elektrodenmaterial zu verwenden. Dabei ergab sich folgendes:

Zwanzig 60 mm lange Bogenlampenstifte (Durchmesser 5 mm) wurden mittels eines am oberen Ende angelöteten Kupferdrahtes zu einem Kranz verbunden. Draht und Lötstellen wurden mit einem säurefesten Lack geschützt. Diese so hergestellte Kohlelektrode wurde sodann platinieren.

Bei einer Gesamtoberfläche von 180 cm² lieferte sie um 30% weniger Wasserstoff, als die zur Verfügung stehende 80 cm² große Platinelektrode.

Herstellung des Zinkamalgams:

Die zur Füllung des Apparates nötige Quecksilbermenge wird in einer Porzellanschale auf dem siedenden Wasserbad erwärmt. Bei 70° C lösen sich 7% Zink in Quecksilber. Man berechnet die nötige Zinkmenge und trägt diese in Form von Zinkspänen nach und nach in das Quecksilber ein. Es ist vorteilhaft, wenn man die Zinkspäne mit etwas verdünnter Salzsäure anätzt. Dies kann geschehen, wenn sich das Zink schon auf dem Quecksilber befindet. Ist alles Zink verbraucht, so läßt man etwas abkühlen und gießt das Zinkamalgam noch warm in den vorgewärmten Kolben. Nach dem Abkühlen erstarrt es. Man überschichtet mit etwas Quecksilber und setzt dann den Apparat wie beschrieben zusammen.

Literatur.

¹ V. Bayerle und M. Tamele, Chem. Listy pro Vědu a Průmysl 18, 389 (1924).

² J. Heyrovsky, Polarographie, Wien: Verlag Springer 1941.